

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 401 944**

51 Int. Cl.:

D01F 1/10 (2006.01)

B01D 39/16 (2006.01)

D04H 3/16 (2006.01)

D04H 1/56 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.11.2008 E 08858886 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2013 EP 2222908**

54 Título: **Bandas de electreto con aditivos mejoradores de la carga eléctrica**

30 Prioridad:

06.12.2007 US 992745 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

25.04.2013

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY
(100.0%)
3M CENTER POST OFFICE BOX 33427
SAINT PAUL, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

**SEBASTIAN, JOHN M.;
LI, FUMING B.;
JONES, MARVIN E.;
DRESSEL, LUKE T. y
JAPUNTICH, DANIEL A.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 401 944 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Bandas de electreto con aditivos mejoradores de la carga eléctrica.

Campo de la descripción

5 La presente descripción se refiere a bandas de electreto, incluidas bandas de fibra no tejida tales como bandas de microfibras termoplásticas no tejidas, que contienen aditivos mejoradores de carga, y a sus usos.

Antecedentes

10 El electreto es un material dieléctrico que exhibe una carga eléctrica cuasi-permanente. Los electretos son útiles en una diversidad de dispositivos que incluyen, por ejemplo, películas adherentes, filtros de aire, máscaras faciales de filtrado y respiradores, y como elementos electrostáticos en dispositivos electroacústicos tales como micrófonos, auriculares y grabadores electrostáticos.

15 El desempeño de las bandas de microfibras utilizadas para la filtración de aerosol puede mejorarse impartiendo una carga eléctrica a las fibras, formando un material de electreto. En particular, los electretos son eficaces para mejorar la captura de partículas en filtros de aerosol. Se conocen varios métodos para formar materiales de electreto en bandas de microfibras. Dichos métodos incluyen, por ejemplo, bombardear fibras fundidas a medida que se emiten desde los orificios de la boquilla, a medida que se forman las fibras, con partículas eléctricamente cargadas tales como electrones o iones. Otros métodos incluyen, por ejemplo, cargar las fibras después de formar la banda, mediante una descarga corona DC, o impartiendo una carga a la fibra mediante cardado y/o costura con aguja (tribocarga). Hace poco se describió un método en el que chorros de agua o una corriente de gotitas de agua golpean contra una banda no tejida a una presión suficiente para proveer una carga del electreto que mejora la filtración (hidrocarga).

20

Sumario

25 Permanece la necesidad de bandas de electreto con mejores propiedades. En esta descripción se presentan bandas de electreto que contienen aditivos mejoradores de la carga. Estos aditivos mejoradores de la carga proporcionan bandas de electreto fáciles de cargar mediante una diversidad de mecanismos de carga distintos tales como descarga corona DC, hidrocarga o sus combinaciones. Además, las bandas de electreto que contienen aditivos mejoradores de la carga tienen capacidad de retención de la carga relativamente larga.

30 La descripción incluye un medio de filtro de electreto que comprende una banda de microfibras no tejida que comprende una mezcla de una resina termoplástica y un aditivo de carga que comprende un material de trianilino triazina sustituido con éster y/o con amida. El medio de filtro de electreto puede comprender el filtro de un respirador, el filtro de un sistema de ventilación de ambientes, el filtro de un sistema de ventilación de vehículos, el filtro de un aire acondicionado, el filtro de un horno, el filtro de un purificador de aire para ambientes, el filtro de una aspiradora o el filtro del disco de un ordenador.

35 También se describen métodos para preparar una banda de electreto que comprenden proveer un material termoplástico, proveer un aditivo de carga procesable por termofusión que comprenda un material de trianilino triazina sustituido con éster y/o con amida, termofundir mezclando el material termoplástico y el aditivo de carga, y soplar el material termoplástico mixto y el aditivo de carga para formar una banda de microfibras, y cargar la banda.

Descripción detallada

40 Las bandas de electreto útiles en la presente descripción incluyen una mezcla de una resina termoplástica y un aditivo de carga. Las bandas preparadas a partir de dichas mezclas exhiben mejores propiedades que las bandas preparadas con las resinas termoplásticas solas. Los aditivos de carga útiles son materiales de trianilino triazina sustituidos con éster y amida.

45 Las bandas de electreto pueden adoptar una diversidad de formas. Por ejemplo, la banda puede ser una película continua o discontinua, o una banda de fibra. Las bandas de fibras son particularmente útiles para la formación de medios de filtración. En algunas realizaciones, la banda es una banda de microfibras no tejida. Típicamente, las microfibras tienen un diámetro de 1-100 micrómetros.

Los términos "un", "uno", "una" y "el/la" se utilizan de modo intercambiable con "por lo menos un/o/a" para significar uno o más de los elementos que se están describiendo.

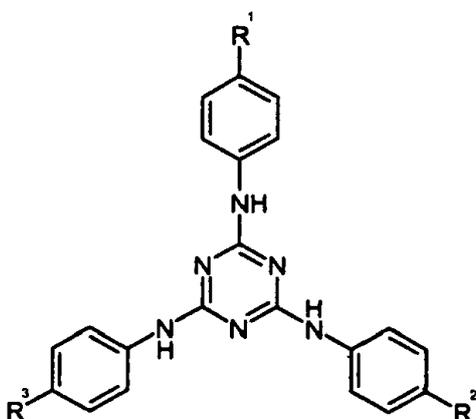
50 El término "alquilo" se refiere a un grupo monovalente que es un radical de un alcano, que es un hidrocarburo saturado. El alquilo puede ser lineal, ramificado, cíclico o sus combinaciones, y típicamente posee 1 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el grupo alquilo contiene 1 a 18, 1 a 12, 1 a 10, 1 a 8, 1 a 6 o 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos de grupos alquilo incluyen, aunque sin limitarse a ello, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, terc-butilo (t-butilo), n-pentilo, n-hexilo, ciclohexilo, n-heptilo, n-octilo y etilhexilo.

El término "heteroalquilo" se refiere a un grupo alquilo que contiene heteroátomos. Estos heteroátomos pueden ser halógenos tales como flúor, cloro, bromo o yodo, u otros átomos tales como nitrógeno, oxígeno o azufre. Un ejemplo de un grupo heteroalquilo es un grupo polioxialquilo tal como $-\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_2$.

5 La expresión "alquilo sustituido" se refiere a un grupo alquilo que contiene sustituyentes junto con la cadena principal de hidrocarburo. Estos sustituyentes pueden ser grupos alquilo, grupos heteroalquilo o grupos arilo. Un ejemplo de un grupo alquilo sustituido es un grupo bencilo.

El término "arilo" se refiere a un grupo carbocíclico aromático que es un radical que contiene 1 a 5 anillos que pueden estar conectados o condensados. El grupo arilo puede estar sustituido con grupos alquilo o heteroalquilo. Un ejemplo de un grupo arilo es un grupo fenilo.

10 La expresión "trianilino triazina sustituida" se refiere a un material en el que 3 anillos anilina sustituidos están unidos a un anillo triazina como se indica en la Fórmula I en la que R^1 , R^2 y R^3 son los sustituyentes en el material de trianilino triazina. Cuando las expresiones "sustituido con éster" y "sustituido con amida" se usan junto con "trianilino triazina sustituida", esto significa que los grupos R^1 , R^2 y R^3 están cada uno independientemente unido al anillo anilina mediante un enlace de éster ($-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$) o amida ($-\text{C}(\text{O})\text{NR}-$), donde R en este caso es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo:



Fórmula I

El término "polímero" y la expresión "material polimérico" se refieren a ambos materiales preparados a partir de un monómero tal como un homopolímero o a materiales preparados a partir de dos o más monómeros tales como un copolímero, terpolímero o similares. Asimismo, el término "polimerizar" se refiere al proceso de elaborar un material polimérico que puede ser un homopolímero, copolímero, terpolímero o similar. El término "copolímero" y la expresión "material copolimérico" se refieren a un material polimérico preparado a partir de por lo menos dos monómeros.

20

La expresión "temperatura ambiente" se usa para indicar temperaturas en el intervalo de 20 °C a 25 °C.

La expresión "procesable por termofusión", como se emplea en esta memoria, se refiere a una composición que puede transformarse, por ejemplo, por calor y presión de un sólido a un fluido viscoso. La composición debe ser capaz de procesarse por termofusión sin transformarse ni degradarse químicamente, ni tornarse inutilizable para la aplicación que se tiene como fin.

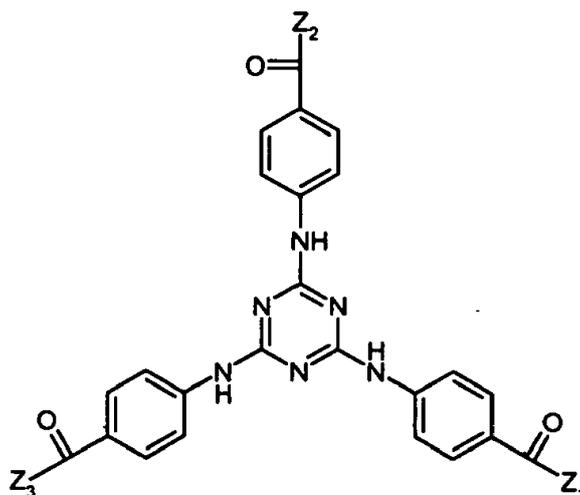
25

Las resinas termoplásticas útiles en la presente invención incluyen cualquier polímero termoplástico no conductor capaz de tener una gran cantidad de carga electrostática atrapada cuando se forma en una banda y se carga. Típicamente, dichas resinas tienen una resistividad a la corriente directa o DC mayor que 10^{14} ohm-cm a la temperatura de uso que se tiene como propósito. Los polímeros capaces de adquirir una carga atrapada incluyen poliolefinas tales como polipropileno, polietileno y poli-4-metil-1-penteno; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonatos; y poliésteres. Los materiales particularmente útiles incluyen polipropileno, poli-4-metil-1-penteno, sus mezclas, o copolímeros formados a partir de por lo menos uno de propileno y 4-metil-1-penteno.

30

Los aditivos de carga útiles son materiales de trianilino triazina sustituidos con éster y/o amida. Se ha observado que los materiales con sustituyentes de éster y/o amida en los anillos anilina proporcionan retención de carga de electreto superior que los sustituyentes que son, por ejemplo, simples grupos alquilo. Típicamente, los aditivos de carga no son materiales procesables por termofusión. Los aditivos de carga particularmente útiles incluyen los materiales descritos por la fórmula II,

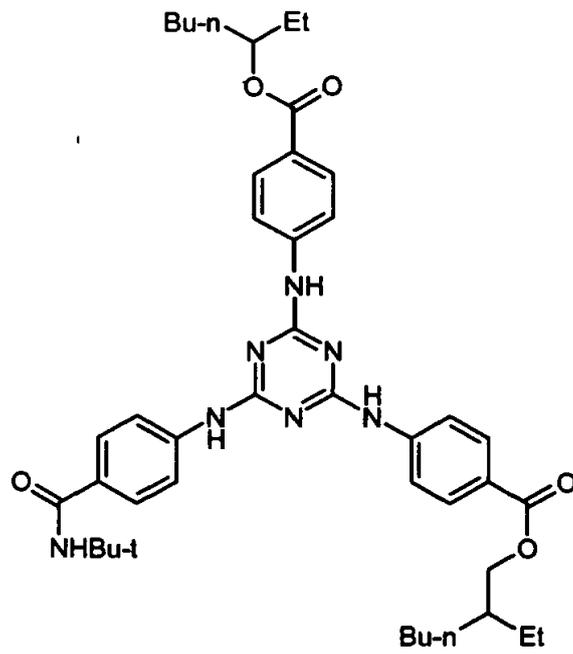
35



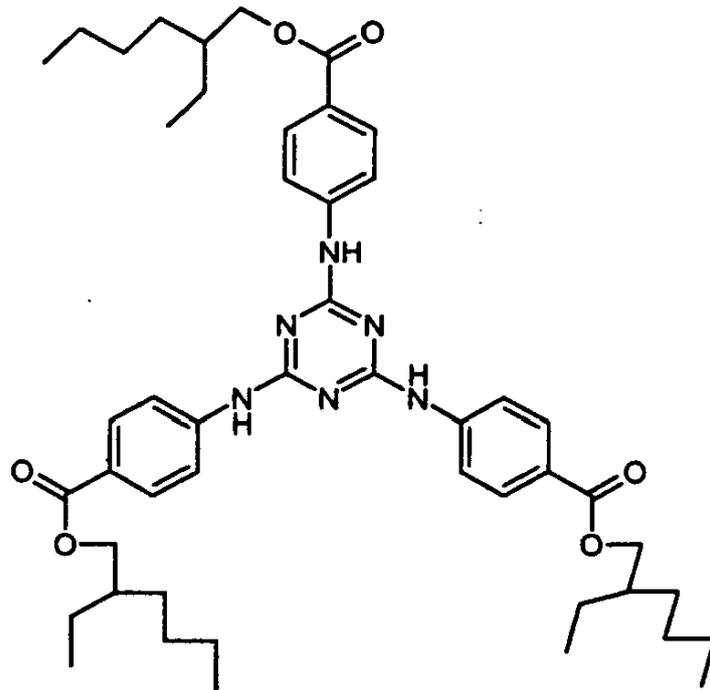
Fórmula II

5 en la que cada Z_1 , Z_2 y Z_3 es independientemente $-OR^4$ (sustitución de éster) o $-NR^5R^6$ (sustitución de amida) y donde cada R^4 es independientemente un grupo alquilo, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo; cada R^5 es independientemente H o un grupo alquilo, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo; cada R^6 es independientemente un grupo alquilo, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo. En algunas realizaciones, cada Z_1 , Z_2 y Z_3 es independientemente $-OR^4$ donde cada R^4 es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono. En otras realizaciones, cada Z_1 y Z_2 es independientemente $-OR^4$ donde cada R^4 es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono y Z_3 es NR^5R^6 donde R^5 es H o un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono y R^6 es un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono.

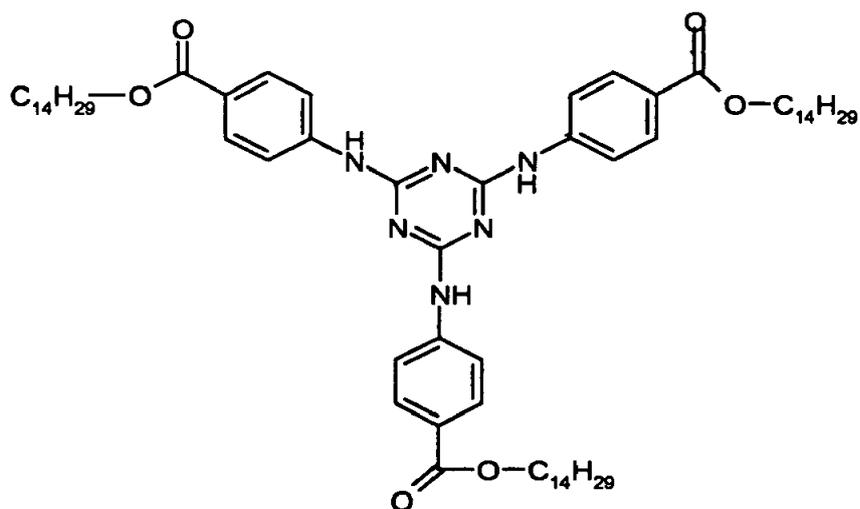
15 Los ejemplos de aditivos de carga adecuados incluyen, por ejemplo, 2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'-etilhexil-1'-oxi)-1,3,5-triazina, obtenible en el mercado de BASF, Ludwigshafen, Alemania como UVINUL T-150, que se indica como Fórmula III a continuación (Et es un grupo etilo, Bu-n es un grupo n-butilo y Bu-t es un grupo terc-butilo); bis(2-etilhexil) éster de ácido 4,4'-[[6-[[4-[[1,1-dimetiletil]amino]carbonil]fenil]amino]-1,3,5-triazina-2,4-diil]diimino]bisbenzoico obtenible en el mercado de 3V Bergamo, Italia como UVASORB HEB, que se indica como Fórmula IV a continuación; 2,4,6-trianilino(p-carbo-tetradecil-oxi)-1,3,5-triazina indicado como Fórmula V a continuación; 2,4,6-trianilino(p-carbo-octaadecil-oxi)-1,3,5-triazina indicado como Fórmula VI a continuación; y mezclas de los mismos.



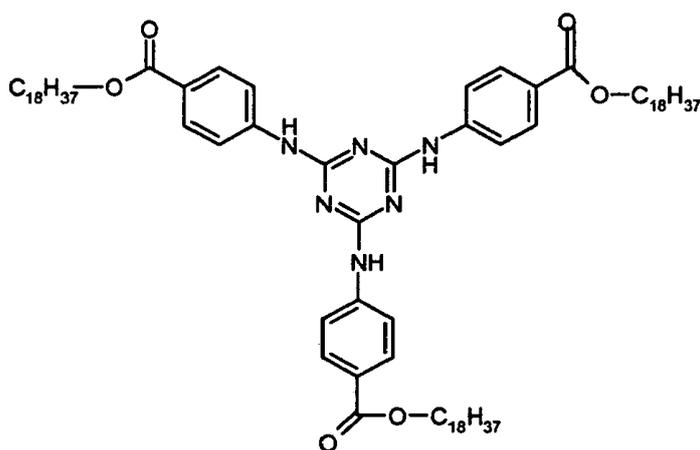
Fórmula III



Fórmula IV



Fórmula V



Fórmula VI

5 Típicamente, el aditivo de carga está presente en la mezcla de resina termoplástica/aditivo de carga en cantidades en el intervalo de 0,1 a 5% en peso en base al peso total de la mezcla. En algunas realizaciones, el aditivo de carga está presente en cantidades que oscilan entre 0,1 y 3% en peso o 0,25 y 2 % en peso.

La mezcla de la resina termoplástica y el aditivo de carga puede prepararse por métodos conocidos. Típicamente, la mezcla se procesa usando técnicas de extrusión de fusión, de modo que la mezcla puede premezclarse para formar esferas en un procedimiento de lotes, o la resina termoplástica y el aditivo de carga pueden mezclarse en la extrusora en un proceso continuo. Si se emplea un proceso continuo, la resina termoplástica y el aditivo de carga pueden premezclarse como sólidos o añadirse por separado a la extrusora y dejar que se mezclen en estado fundido.

Los ejemplos de mezcladoras de fusión que se pueden utilizar para formar esferas premezcladas incluyen aquellas que proporcionan mezclado dispersivo, mezclado distributivo o una combinación de los mismos. Los ejemplos de métodos de lotes incluyen aquellos que utilizan un equipo de mezclado interno y un laminador BRABENDER (p. ej., BRABENDER PREP CENTER, obtenible en el mercado de C.W. Brabender Instruments, Inc.; South Hackensack, NJ) o BANBURY (p. ej. equipo disponible de Farrel Co.; Ansonia, CT). Después de mezclar en lotes, la mezcla creada puede enfriarse rápidamente y conservarse por debajo de la temperatura de fusión de la mezcla para posterior procesamiento.

Los ejemplos de métodos continuos incluyen extrusión con un solo tornillo, extrusión con dos tornillos, extrusión con discos, extrusión con un solo tornillo recíproca, y extrusión con un solo tornillo de tambor de púas. Los métodos continuos pueden incluir el uso de ambos elementos distributivos, tales como mezcladoras de transferencia de

cavidades (p. ej. CTM, obtenible en el mercado de RAPRA Technology, Ltd.; Shrewsbury, Inglaterra) y elementos de mezclado de púas, elementos de mezclado estático o elementos de mezclado dispersivo (obtenibles en el mercado de p. ej., elementos de mezclado MADDOCK o elementos de mezclado SAXTON).

5 Los ejemplos de extrusoras que se pueden utilizar para extruir esferas premezcladas preparadas por un procedimiento de lotes incluyen algunos tipos de equipos descritos anteriormente para procesamiento continuo. Las condiciones de extrusión útiles son en general aquellas adecuadas para extruir la resina sin el aditivo.

La mezcla extruida de resina termoplástica y aditivo de carga puede colarse o revestirse en películas o láminas, o puede fundirse en una fibra no tejida usando técnicas conocidas. Las bandas de microfibras no tejidas fundidas son particularmente útiles como medios de filtración.

10 Los filtros de electreto microfibras, no tejidos, soplados por fusión son especialmente útiles como el elemento de un filtro de aire de una máscara antigás tal como una máscara facial o para tales objetivos como acondicionadores domésticos o industriales de aire, depuradores de aire, aspiradoras, filtros de conducciones médicas de aire, y sistemas acondicionadores de aire para vehículos y equipamiento común tales como ordenadores, unidades de disco de ordenadores y equipamiento electrónico. En usos en máscaras antigás, los filtros de electreto pueden estar
15 en forma de máscaras buconasales moldeadas o plegadas, cartuchos o filtros reemplazables, o prefiltros.

Las microfibras sopladas por fusión útiles en la presente descripción pueden prepararse como se describe en Van A. Went, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, pág. 1342-1346 y en el Informe núm. 4364 de Naval Research Laboratories, publicado el 25 de mayo de 1954, titulado "Manufacture of Super Fine Organic Fibers" de Van A. Went et al.

20 Las microfibras sopladas por fusión útiles para los filtros de electreto fibrosos típicamente tienen un diámetro de fibra eficaz de aproximadamente 3 a 30 micrómetros, en algunas realizaciones de aproximadamente 7 a 15 micrómetros, según lo calculado de acuerdo con el método expuesto en Davies, C. N., "The Separation of Airborne Dust and Particles," Institution of Mechanical Engineers, Londres, Actas 1B, 1952.

25 También puede haber fibras cortadas en la banda. La presencia de fibras cortadas en general ofrece una banda menos densa y más mullida, que una banda de fibras solamente sopladas. Preferiblemente, se encuentran presentes no más de aproximadamente 90% por ciento de fibras cortadas, más preferiblemente no más de aproximadamente 70% en peso. Los ejemplos de fibras que contienen fibra cortada se describen en la patente estadounidense núm. 4.118.531 (Hauser).

30 También puede incluirse en la banda material particulado sorbente tal como carbono activado o alúmina. Dichas partículas pueden estar presentes en cantidades hasta aproximadamente 80 por ciento en volumen de los contenidos de la banda. Los ejemplos de bandas cargadas con partículas se describen, por ejemplo, en la patente estadounidense núm. 3.971.373 (Braun), en la patente estadounidense núm. 4.100.324 (Anderson) y en la patente estadounidense núm. 4.429.001 (Kolpin et al.).

35 Los medios de filtro de electreto preparados de acuerdo con la presente descripción en general tienen un gramaje en el intervalo de aproximadamente 10 a 500 g/m², y en algunas realizaciones, aproximadamente 10 a 100 g/m². En la preparación de bandas de microfibras sopladas por fusión, el peso base puede controlarse, por ejemplo, cambiando o bien la velocidad del colector o el rendimiento de la matriz. El espesor del medio de filtro oscila típicamente entre aproximadamente 0,25 y 20 milímetros, y en algunas realizaciones entre aproximadamente 0,5 y 2 milímetros. El medio de filtro del electreto y la resina a partir de la cual se produce no deben someterse a ningún tratamiento
40 innecesario que pudiera aumentar su conductividad eléctrica, p. ej., exposición a radiación ionizante, rayos gamma, radiación ultravioleta, pirólisis, oxidación, etc.

45 La banda de electreto puede cargarse a medida que se va formando, o puede cargarse después de formar la banda. En un medio de filtro de electreto, el medio por lo general se carga después de formar la banda. En general, se puede utilizar cualquier método convencional de carga conocido en la técnica. Por ejemplo, la carga se puede realizar en una diversidad de formas, incluidas descarga corona DC, carga e hidrocarga. Se puede usar también una combinación de estos métodos.

50 Los ejemplos de procedimientos de descarga corona DC adecuados se describen en la patente estadounidense Re. núm. 30.782 (van Turnhout), en la patente estadounidense Re. núm. 31.285 (van Turnhout), en la patente estadounidense Re. núm. 32,171 (van Turnhout), en la patente estadounidense núm. 4.215.682 (Davis et al.), en la patente estadounidense núm. 4.375.718 (Wadsworth et al.), en la patente estadounidense núm. 5.401.446 (Wadsworth et al.), en la patente estadounidense núm. 4.588.537 (Klaase et al.) y en la patente estadounidense núm. 4.592.815 (Nakao).

55 La hidrocarga de la banda comprende chorros de agua que encuentran un obstáculo o una corriente de gotitas de agua en la banda a una presión suficiente para proporcionar a la banda carga del electreto que exalte la filtración. La presión necesaria para lograr resultados óptimos varía dependiendo del tipo de pulverizador utilizado, el tipo de polímero a partir del cual se forma la banda, el tipo y la concentración de aditivos al polímero, el espesor y la densidad de la banda, y si el pretratamiento, tal como la superficie de corona DC, se llevó a cabo o no antes de la

hidrocarga. En general, son adecuadas presiones en el intervalo de aproximadamente 10 a 500 psi (69 a 3450 kPa). En general se prefiere agua destilada o desionizada a agua del grifo para la hidrocarga.

Los chorros de agua o la corriente de agua pueden proveerse mediante cualquier medio de pulverización adecuado. Un aparato útil para enmallar fibras hidráulicamente es en general útil en el método de la presente descripción, si bien la operación puede llevarse a cabo a presiones inferiores de hidrocarga que las que en general se utilizan para el enmallado hidráulico. Se entiende que hidrocarga incluye el método descrito en la Patente de EE.UU. n.º 5.496.507 (Angadjivand) y en varios otros métodos derivados para impartir una carga de electreto usando el procedimiento de humectación y deshumectación de fluido descrito, por ejemplo, en la solicitud de patente japonesa núm. JP 2002161467 (Horiguchi), en la solicitud de patente japonesa número JP 2002173866 (Takeda), en la solicitud de patente japonesa número JP 2002115177 (Takeda), en la solicitud de patente japonesa número JP 2002339232 (Takeda), en la solicitud de patente japonesa número JP 2002161471 (Takeda), en la patente japonesa núm. 3.780.916 (Takeda), en la solicitud de patente japonesa número JP 2002115178 (Takeda), en la solicitud de patente japonesa número JP 2003013359 (Horiguchi), en la Patente de EE.UU. n.º 6.969.484 (Horiguchi), en la Patente de EE.UU. n.º 6.454.986 (Eitzman), en la solicitud de patente japonesa núm JP 2004060110 (Masumori), en la solicitud de patente japonesa número JP 2005131485 (Kodama) y en la solicitud de patente japonesa número JP 2005131484 (Kodama).

En la práctica, puede haber un lapso de tiempo considerable entre el tiempo en que se cargan las bandas del filtro de electreto y el momento en que se utilizan. Este tiempo abarca el tiempo requerido para envío, almacenamiento, etc y puede implicar una diversidad de condiciones de temperatura. Es conveniente que se retenga la carga impartida a la banda.

Para modelar estas consideraciones, se han desarrollado varias pruebas de filtración y protocolos de ensayos de envejecimiento acelerado. Estas pruebas incluyen medición de la penetración de aerosol de la banda de filtro usando un aerosol estándar tal como dioctilftalato (DOP), que usualmente se presenta como porcentaje de penetración de aerosol a través de la banda del filtro (% Pen) y medición de la caída de presión en la banda del filtro (ΔP). A partir de estas dos mediciones, se puede calcular una cantidad conocida como el factor de calidad (QF) mediante la siguiente fórmula:

$$QF = - \ln(\% \text{ Pen}/100) / \Delta P,$$

donde \ln equivale al logaritmo natural. Un valor inicial más alto de QF indica un mejor comportamiento de filtración y los valores de QF menores se correlacionan con un peor comportamiento de filtración. El factor de calidad de las bandas generadas sin exposición a otros entornos típicamente se designa como el factor de calidad inicial "Q₀". Los detalles para medir estos valores se presentan en la sección de Ejemplos.

Con el fin de determinar la estabilidad del comportamiento de filtración, se puede ensayar el envejecimiento acelerado comparando el factor de calidad inicial de las bandas BMF cargadas con el factor de calidad después del almacenamiento a distintas temperaturas durante diferentes periodos de tiempo.

En una prueba, las bandas se almacenan durante 72 horas a 71°C en el aire. Este factor de calidad después del envejecimiento en esta condición típicamente se designa como "Q₃". La retención del comportamiento se calcula mediante la siguiente ecuación:

En una prueba de envejecimiento más rigurosa, las bandas se almacenan durante 9 horas a 100°C en el aire. Este factor de calidad después del envejecimiento en esta condición típicamente se designa como "Q₉". La retención del comportamiento se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Retención } (Q_3) = Q_3 \text{ (después de envejecimiento por 72 horas a 71° C) } / Q_0 \text{ (inicial) } \times 100\%.$$

Típicamente, el medio de filtración de la presente descripción tiene valores QF medidos de 0,3 o más a una velocidad de entrada de 6,9 centímetros por segundo. En algunas realizaciones, la retención del comportamiento (Q₃) es 90% o más. En otras realizaciones, la retención del comportamiento (Q₃) es 91%, 93%, 95% o más, o incluso 100%. En algunas realizaciones, la retención del comportamiento (Q₉) es 90% o más. En otras realizaciones, la retención del comportamiento (Q₉) es 91%, 93%, 95% o más, o incluso 100%.

Ejemplos

Estos ejemplos tienen sólo meramente fines ilustrativos y no se pretende que limiten el alcance de las reivindicaciones adjuntas. Todas las partes, porcentajes, relaciones, etc., de los ejemplos y del resto de la memoria descriptiva están en peso, a menos que se indique otra cosa. Los disolventes y otros reactivos utilizados se obtuvieron de Sigma-Aldrich Chemical Company; Milwaukee, Wisconsin a menos que se indique otra cosa.

Tabla de abreviaturas

ES 2 401 944 T3

Abreviatura o "designación de marca"	Descripción
Aditivo de carga 1	2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'-etilhexil-1'-oxi)-1,3,5-triazina, que se indica en la Fórmula III anterior, obtenible en el mercado como "UVINUL T-150" de BASF, Ludwigshafen, Alemania.
Aditivo de carga 2	bis(2-etilhexil) éster de ácido 4,4'-[[6-[[4-[[1,1-dimetiletil]amino]carbonil]fenil]amino]-1,3,5-triazina-2,4-diil]diimino]bis-benzoico, que se indica en la Fórmula IV anterior, obtenible en el mercado como "UVASORB HEB" de 3V Bergamo, Italia.
Aditivo de carga 3	2,4,6-trianilino(p-carbo-tetradecil-oxi)-1,3,5-triazina preparado como se describe en la Sección de síntesis a continuación.
Aditivo de carga -4	2,4,6-trianilino(p-carbo-octadecil-oxi)-1,3,5-triazina preparado como se describe en la Sección de síntesis a continuación.
Carga	N,N',N"-tris(4-tetradecil-fenil)-1,3,5-triazina-2,4,6-triamina
Aditivo 5*	preparado como se describe en la Sección de síntesis a continuación.
Aditivo de carga 6*	N,N',N"-tris(4-octadecilfenil)-1,3,5-triazina-2,4,6-triamina preparado como se describe en la Sección de síntesis a continuación.
Aditivo de carga 7*	N,N',N"-trioctadecil-1,3,5-triazina-2,4,6-triamina preparado como se describe en la Sección de síntesis a continuación.
Aditivo de carga 8*	Poli[[6-[[1,1,3,3-tetrametilbutil]amino]-1,3,5-triazina-2,4-diil][[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)imino]-1,6-hexanedil][(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)imino]]] obtenible en el mercado como "CHIMASSORB 944" de Ciba Specialty Chemicals, Basilea, Suiza.
PP-1	Resina de polipropileno de grado 1, ESCORENE PP 3746G, obtenible en el mercado de Exxon-Mobil Corporation, Irving, TX.
PP-2	Resina de polipropileno de grado 2, TOTAL PP3860, obtenible en el mercado de Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX.
PP-3	Resina de polipropileno de grado 3, TOTAL PP3960, obtenible en el mercado de Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX.
* comparativo	

Métodos de ensayo

Prueba de filtración

- 5 Se ensayaron las muestras para % penetración de aerosol DOP (% Pen) y caída de presión (ΔP), y se calculó el factor de calidad (QF). El comportamiento de filtración (% Pen y QF) de las bandas de microfibras no tejidas se evaluó usando un Medidor de Filtro Automático AFT Modelo 8127 (comercializado por TSI, Inc., St. Paul, MN), usando diocilftalato (DOP) como el aerosol de exposición y un transductor de presión MKS que midió la caída de presión (ΔP (mm de H₂O)) en el filtro. El aerosol DOP tiene nominalmente un diámetro mediano de masa de 0,3 micrómetros
- 10 monodisperso que tienen una concentración en fase anterior de 100 mg/m³. El aerosol se forzó a través de una muestra del medio de filtro a un caudal calibrado de 42,5 litros/minuto (velocidad de entrada de 6,9 cm/s) con el ionizador de aerosol desactivado. El tiempo total de la prueba fue 23 segundos (tiempo de elevación de 15 segundos, tiempo de la muestra de 4 segundos y tiempo de purga de 4 segundos). La concentración de aerosol DOP se midió por dispersión de luz tanto en fase anterior como posterior del medio de filtro, usando fotómetros
- 15 calibrados. El % Pen de DOP se define como: % Pen = 100x(concentración de DOP en fase posterior/concentración de DOP en fase anterior). Para cada material, se realizaron 6 mediciones separadas en diferentes sitios de la banda BMF, y se promediaron los resultados.

Se usaron % Pen y ΔP para calcular un QF mediante la siguiente fórmula:

$$QF = - \ln(\% Pen/100) / \Delta P,$$

donde ln equivale al logaritmo natural. Un valor inicial más alto de QF indica un mejor comportamiento de filtración y los valores de QF menores se correlacionan con un peor comportamiento de filtración. El factor de calidad de las bandas generadas sin exposición a otros entornos típicamente se designa como el factor de calidad inicial "Q₀".

5

Comportamiento de envejecimiento acelerado

Con el fin de determinar la estabilidad del comportamiento de filtración, se ensayó el envejecimiento acelerado comparando el factor de calidad inicial de las bandas BMF cargadas con el factor de calidad después del almacenamiento a distintas temperaturas durante diferentes periodos de tiempo.

10 En una prueba, las bandas se almacenan durante 72 horas a 71°C en el aire. Este factor de calidad después del envejecimiento en esta condición típicamente se designa como "Q₃". La retención del comportamiento se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Retención } (Q_3) = Q_3 \text{ (después de envejecimiento por 72 horas a 71° C)} / Q_0 \text{ (inicial)} \times 100\% \quad E$$

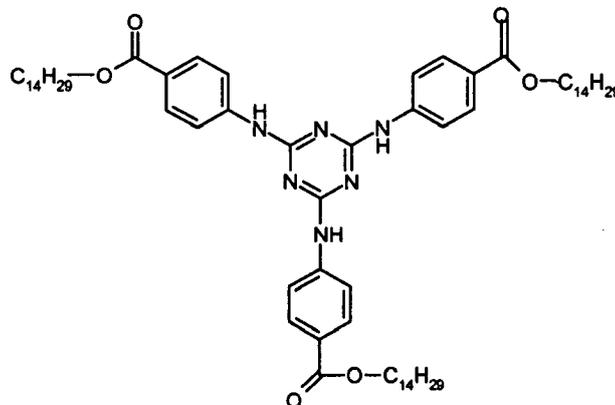
15 En una prueba de envejecimiento más rigurosa, las bandas se almacenan durante 9 horas a 100°C en el aire. Este factor de calidad después del envejecimiento en esta condición típicamente se designa como "Q₉". La retención del comportamiento se calcula mediante la siguiente ecuación

$$\% \text{ Retención } (Q_9) = Q_9 \text{ (después de envejecimiento por 9 horas a 100° C)} / Q_0 \text{ (inicial)} \times 100\%$$

Ejemplos de síntesis

Ejemplo de síntesis 1: Preparación del aditivo de carga 3

20



25 En una atmósfera de argón, se calentó una mezcla de 1-tetradecanol (96,3 gramos, 449 mmol), piridina (40 mililitros) y diclorometano (1000 mililitros) hasta 30°C. Se añadió cloruro de 4-nitrobenzoilo (100 gramos, 539 mmol) en porciones en un periodo de veinte minutos. La mezcla de reacción se calentó a reflujo durante dieciséis horas. La mezcla de reacción se lavó con agua (2×500 mililitros). La capa orgánica se concentró a presión reducida hasta un sólido amarillo. Se añadieron 1000 mililitros de hexano y la mezcla se calentó a reflujo. La mezcla se enfrió y se filtró. El filtrado se concentró para proveer un sólido amarillo. El sólido amarillo recristalizó dos veces a partir de etanol para obtener 77,0 gramos de 4-nitrobenzoato de tetradecilo como cristales amarillos.

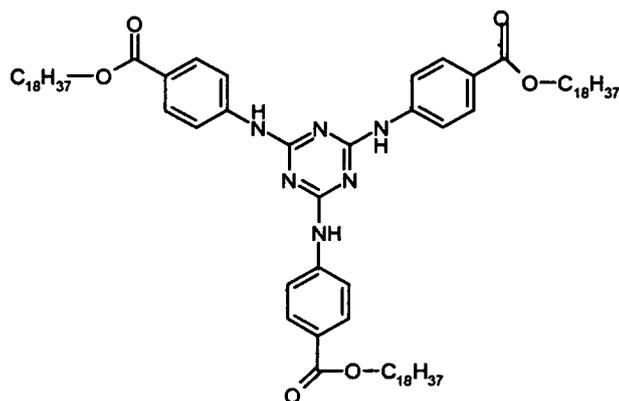
30 Bajo una purga de nitrógeno, se añadió platino al 10% sobre carbono (2,5 gramos) a una mezcla de 4-nitrobenzoato de tetradecilo (25 gramos, 69 mmol) y acetato de etilo (250 mililitros) en un recipiente Parr. El recipiente se dispuso bajo presión de hidrógeno (49 psi, 3,3×10⁵ Pa) durante dieciséis horas. Se añadió diclorometano y la mezcla de reacción se filtró a través de una capa de auxiliar de filtro CELITE. El filtrado se concentró a presión reducida hasta un sólido tostado. El sólido recristalizó dos veces a partir de etanol para obtener 15 gramos de 4-aminobenzoato como agujas de color tostado claro.

35 Bajo atmósfera de nitrógeno, se calentó una mezcla de 4-aminobenzoato de tetradecilo (45,6 gramos, 137 mmol) y cloruro cianúrico (8,40 gramos, 45,6 mmol) en xileno (460 mililitros) hasta reflujo durante veinticuatro horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta 90°C y se lavó con bicarbonato sódico saturado acuoso (2×500 mililitros), seguido de agua (3×500 mililitros). Se formó un precipitado blanco como el xileno y se enfrió durante una noche. El

precipitado blanco se aisló por filtración y se lavó con exceso de xileno. El sólido recristalizó dos veces a partir de 34:66 diclorometano:metanol (750 mililitros) y una vez a partir de xileno (300 mililitros) para proveer 27,6 gramos de 2,4,6-trianilino(p-carbo-tetradecil-oxi)-1,3,5-triazina en forma de un sólido blanco.

5 Análisis de la composición: Calculado para $C_{66}H_{102}N_6O_6$: %C, 73,70; %H, 9,56; %N, 7,81. Encontrado: %C, 73,44; %H, 9,37; %N, 7,62.

Ejemplo de síntesis 2: Preparación del aditivo de carga 4



10 En una atmósfera de nitrógeno, se calentó una mezcla de 1-octadecanol (36 gramos, 210 mmol), piridina (20 mililitros) y diclorometano (500 mililitros) hasta reflujo. El alcohol disuelto y la disolución se dejaron enfriar a 5°C. Se añadió cloruro de 4-nitrobenzoilo (39,0 gramos, 210 mmol) en porciones en un periodo de veinte minutos. La mezcla de reacción se calentó a reflujo durante dieciséis horas. La mezcla de reacción se lavó con 250 mililitros de agua. La capa acuosa se lavó con 250 mililitros de diclorometano. Las capas orgánicas se combinaron y concentraron a presión reducida hasta un sólido tostado claro. Se añadieron 500 mililitros de hexano y se calentó hasta reflujo. Se formó un precipitado blanco a medida que la disolución se enfriaba hasta temperatura ambiente. Se separó el precipitado blanco por filtración y se concentró el filtrado hasta un sólido de color tostado claro. El sólido recristalizó a partir de etanol para obtener (500 mililitros) para obtener 46 gramos de 4-nitrobenzoato de octadecilo como un sólido blanco.

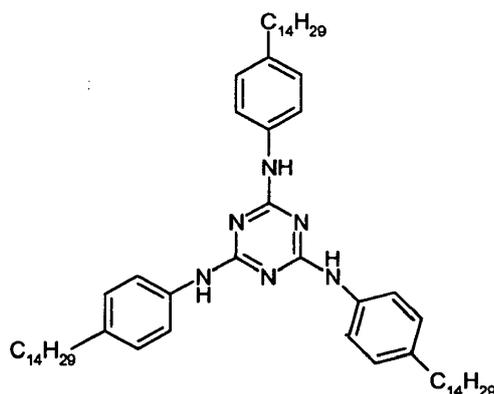
20 Bajo una purga de nitrógeno, se añadió platino al 10% sobre carbono (2,0 gramos) a una mezcla de 4-nitrobenzoato de octadecilo (23 gramos, 55 mmol) y acetato de etilo (230 mililitros) en un recipiente Parr. El recipiente se dispuso bajo presión de hidrógeno (49 psi, $3,3 \times 10^5$ Pa) durante dieciséis horas. Se añadió cloroformo y la mezcla de reacción se filtró a través de una capa de auxiliar de filtro CELITE. El filtrado se concentró a presión reducida hasta un sólido de color tostado claro. El sólido recristalizó a partir de etanol para obtener 18 gramos de 4-aminobenzoato de octadecilo como un sólido blanco.

25 Bajo atmósfera de nitrógeno, se calentó una mezcla de 4-aminobenzoato de octadecilo (40,1 gramos, 103 mmol) y cloruro cianúrico (6,30 gramos, 34,2 mmol) en xileno (350 mililitros) hasta reflujo durante veinticuatro horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta 90°C y se agitó con 175 mililitros de bicarbonato de sodio saturado acuoso durante dos horas. Se formó un precipitado blanco como la mezcla se enfrió durante una noche. El precipitado blanco se aisló por filtración y se lavó con exceso de xileno y agua. El sólido recristalizó a partir de 90:10 cloroformo:metanol (500 mililitros) para proveer 38,2 gramos de 2,4,6-trianilino(p-carbo-octadecil-oxi)-1,3,5-triazina en forma de un sólido blanco.

30 Análisis de la composición: Calculado para $C_{78}H_{126}N_6O_6$: %C, 75,32; %H, 10,21; %N, 6,76. Encontrado: %C, 75,27; %H, 10,16; %N, 6,72.

Ejemplo de síntesis 3: Preparación del aditivo de carga 5

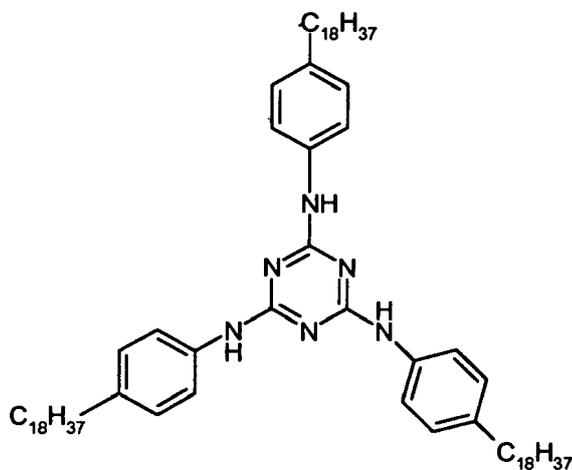
35



5 Bajo atmósfera de nitrógeno, se calentó una mezcla de 4-tetradecilanilina (50,0 gramos, 173 mmol) y cloruro cianúrico (10,6 gramos, 57,6 mmol) en xileno (500 mililitros) hasta reflujo durante veinticuatro horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta 90°C y se lavó con bicarbonato sódico saturado acuoso (2×500 mililitros), seguido de agua (3×500 mililitros). Se formó un precipitado blanco como el xileno y se enfrió durante una noche. El precipitado blanco se aisló por filtración y se lavó con exceso de xileno. El sólido recristalizó dos veces a partir de 34:66 cloroformo:metanol (750 mililitros) y una vez a partir de xileno (300 mililitros) para proveer 30,0 gramos de N,N',N''-tris(4-tetradecil-fenil)-1,3,5-triazina-2,4,6-triamina en forma de un sólido blanco.

10 Análisis de la composición: Calculado para $C_{63}H_{102}N_6$: %C, 80,20; %H, 10,90; %N, 8,91. Encontrado: %C, 80,16; %H, 11,05; %N, 8,92.

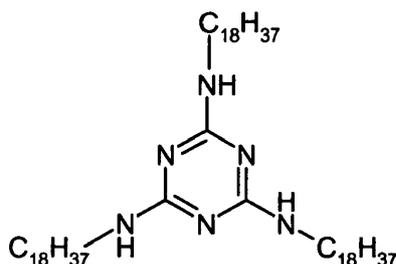
Ejemplo de síntesis 4: Preparación del aditivo de carga 6



15 Bajo atmósfera de nitrógeno, se calentó una mezcla de 4-octadecilanilina (50 gramos, 145 mmol) y cloruro cianúrico (8,9 gramos, 48 mmol) en xileno (500 mililitros) hasta reflujo durante veinticuatro horas. La mezcla de reacción se enfrió hasta 90°C y se lavó con bicarbonato sódico saturado acuoso (2×500 mililitros), seguido de agua (2×500 mililitros). Se formó un precipitado blanco como el xileno y se enfrió durante una noche. El precipitado blanco se aisló por filtración y se lavó con exceso de xileno. El sólido recristalizó dos veces a partir de 90:10 cloroformo:metanol (500 mililitros) y una vez a partir de xileno (500 mililitros) para proveer 45 gramos de N,N',N''-tris(4-octadecilfenil)-1,3,5-triazina-2,4,6-triamina en forma de un sólido blanco.

20 Análisis de la composición: Calculado para $C_{75}H_{126}N_6$: % C, 81,02; %H, 11,42; %N, 7,56. Encontrado: %C, 81,05; %H, 11,38; %N, 7,60.

Ejemplo de síntesis 5: Preparación del aditivo de carga 7



5 Bajo una atmósfera de nitrógeno, se agitó una mezcla de octadecilamina (389 gramos, 1,44 mol), di(propilenglicol) dimetil éter (1,50 litros), acetato de sodio (134 gramos, 1,63 mol) y cloruro cianúrico (88,4 gramos, 0,479 mol) durante treinta minutos, y luego se calentó hasta 85°C durante dos horas. La mezcla de reacción se calentó hasta 155°C, momento en el cual se dejó que el ácido acético se separara a reflujo de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calentó a 170° C durante dieciséis horas. Se añadió 2-propanol (1.60 litros) a la mezcla de reacción una vez enfriada a 80°C. El precipitado se filtró a temperatura ambiente y se lavó con exceso de 2-propanol. El sólido se agitó en agua a reflujo (2,00 litros) durante dos horas, se filtró y se lavó con exceso de agua. El sólido se agitó en 2-propanol a reflujo (2,00 litros), se filtró y se lavó con exceso de 2-propanol para proporcionar 377 gramos de N,N',N''-trioctadecil-1,3,5-triazina-2,4,6-triamina como un sólido blanco.

Análisis de estabilidad térmica

15 La estabilidad térmica de cada aditivo de carga se midió con un Analizador Termogravimétrico (TGA) Modelo 2950 comercializado por TA Instruments, New Castle, Delaware. Aproximadamente 5-10 miligramos de material se disponen en el TGA y se calientan desde temperatura ambiente hasta 500°C a una velocidad de 10°C/min en atmósfera de aire mientras se mide la pérdida de peso debida a la descomposición térmica. La Tabla 1 enumera la temperatura a la cual se detectó 2% de pérdida de peso.

Tabla 1

Aditivo de carga	Temperatura a 2% pérdida de peso (°C)
1	321
2	340
3	285
4	274
5 comparativo	316
6 comparativo	290
7 comparativo	216
8 comparativo	264
* comparativo	

20 Ejemplos 1-31 y Ejemplos Comparativos C1-C25

Para cada uno de los Ejemplos y Ejemplos comparativos, se siguieron los procedimientos descritos a continuación. Los datos para estos Ejemplos se presentan en las Tablas 2 y 3.

Preparación de la muestra

Etapas A - Preparación de bandas de microfibras:

ES 2 401 944 T3

- Para cada Ejemplo, se seleccionó uno de los aditivos de carga anteriormente descritos (o bien el Aditivo 1, 2, 3 o 4) y se mezcló en seco con uno de los 3 grados de polipropileno a la concentración que se indica en la Tabla 2, y la mezcla se extruyó como se describe en Van A. Wente, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, pág. 1342-1346. La temperatura de extrusión osciló entre aproximadamente 250°C - 300°C, y la extrusora fue una extrusora cónica de dos tornillos BRABENDER (obtenible en el mercado de Brabender Instruments, Inc.) que opera a una velocidad de aproximadamente 2,5 a 3 kg/h (5-7 lb/h). La matriz tuvo 25,4 cm (10 pulgadas) de ancho con 10 orificios por centímetro (25 orificios por pulgada). Las bandas de microfibras fundidas (BMF) se formaron con pesos base de aproximadamente 50-60 g/m², diámetros de fibra efectivos de aproximadamente 6,5 - 9,5 micrómetros y un espesor de aproximadamente 0,75 - 2 milímetros.
- 5
- 10 Asimismo, para cada Ejemplo comparativo, se preparó una banda BMF del mismo grado de polipropileno que las bandas de los correspondientes Ejemplos, pero o bien no se añadió aditivo de carga o se usó uno de los aditivos de carga 5, 6, 7 u 8. La Tabla 2 compila las características de bandas específicas para cada uno de los ejemplos comparativos.

Etapa B - Preparación del electreto:

- 15 Cada una de las bandas BMF preparada en la Etapa A anterior se cargó con uno de los tres métodos de carga de electretos: hidrocarga, carga corona o pretratamiento corona e hidrocarga. La Tabla 2 compila el método de carga específico aplicado a cada una de las muestras.

Método de carga 1 - Hidrocarga:

- 20 Una fina pulverización de agua de gran pureza que tiene una conductividad inferior a 5 microS/cm se generó continuamente desde una boquilla que operaba a una presión de 896 kiloPascuales (130 psig) y a un caudal de aproximadamente 1,4 litros/minuto. Las bandas BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A fueron transportadas mediante una banda porosa a través de la pulverización de agua a una velocidad de aproximadamente 10 centímetros/segundos mientras un vacío arrastraba simultáneamente el agua por la banda desde abajo. Cada banda BMF pasó por la hidrocargadora dos veces (secuencialmente una vez de cada lado) y luego se dejó secar por completo durante una noche antes de la prueba de filtro.
- 25

Método de carga 2 - Carga corona:

- 30 Las bandas BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior se cargaron por carga corona DC. La carga corona se llevó cabo pasando la banda por una superficie puesta a tierra bajo una fuente de cepillo corona con una corriente corona de aproximadamente 0,01 miliamperes por centímetro de longitud de fuente de descarga a una velocidad de aproximadamente 3 centímetros por segundo. La fuente de corona fue de aproximadamente 3,5 centímetros por encima de la superficie puesta a tierra en la que cual se transportó la banda. La fuente de corona fue impulsada por un voltaje DC positivo.

Método de carga 3 - Pretratamiento corona e hidrocarga:

- 35 Las bandas BMF seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior se pretrataron por descarga corona DC como se describe en el Método de carga 2, y luego se hidrocargaron como se describe en el Método de carga 1.

Procedimiento de prueba de filtración

Comportamiento de filtración inicial:

- 40 Cada una de las muestras cargadas preparadas en la Etapa B anterior se cortó en dos secciones de 1 metro. Una sección se ensayó en su estado inicial para % penetración de aerosol DOP (% Pen) y caída de presión (ΔP), y se calculó el factor de calidad (QF) como se describe en los Métodos de prueba expuestos anteriormente. Estos resultados se indican en la Tabla 3 a continuación como % Pen inicial, ΔP inicial y QF inicial.

Comportamiento de filtración con envejecimiento acelerado:

- 45 Con el fin de determinar la estabilidad del comportamiento de filtración, se realizó la prueba de envejecimiento acelerado para determinar el % de retención de la carga, como se describe en el Método de prueba anterior. La otra sección de 1 metro de cada muestra preparada en la Etapa B se sometió a uno de los dos regímenes térmicos acelerados, como se indica en la Tabla 3.

Régimen de envejecimiento térmico 1: Calentamiento durante 3 días a 71 °C.

Régimen de envejecimiento térmico 2: Calentamiento durante 9 horas a 100 °C.

- 50 Después del envejecimiento térmico, cada sección de muestra se ensayó para % penetración de aerosol DOP (% Pen) y caída de presión (ΔP), y se calculó el factor de calidad (QF) como se describe en los Métodos de prueba expuestos anteriormente. Estos resultados se indican en la Tabla 3 como % Pen envejecido, ΔP envejecido y QF

ES 2 401 944 T3

envejecido. Finalmente, para cada muestra se calculó el % de retención, comparando los valores QF iniciales y envejecidos como se describe en los Métodos de prueba, y se indica en la Tabla 3.

Tabla 2

Ejemplo	Aditivo de carga	Método de carga	Grado de resina	Conc. aditivo (% en peso)	Diámetro de fibra efect. (µm)	Solidez (%)	Gramaje (g/m ²)	Espesor (mm)
1	2	1	PP-3	0,25	7,1	4,7	58	1,47
2	2	1	PP-3	0,5	8,2	5,1	57	1,45
3	2	1	PP-3	0,75	8	5,7	57	1,45
4	2	1	PP-3	1	8	5,7	55	1,40
C1	Nada	1	PP-3	0	7,9	4,9	55	1,40
5	2	3	PP-3	0,25	7,1	4,7	58	1,47
6	2	3	PP-3	0,5	8,2	5,1	57	1,45
7	2	3	PP-3	0,75	8	5,7	57	1,45
8	2	3	PP-3	1	8	5,7	55	1,40
C2	Nada	3	PP-3	0	7,9	4,9	55	1,40
9	1	2	PP-1	0,25	8,6	5,1	60	1,52
10	1	2	PP-1	0,5	8,1	5	62	1,57
11	1	2	PP-1	1	8,1	5,3	61	1,55
12	1	2	PP-1	1,5	8,3	5,4	61	1,55
C3	Nada	2	PP-1	0	8,2	4,8	58	1,47
13	1	1	PP-1	0,1	7,6	5,1	64	1,63
14	1	1	PP-1	0,25	8,2	5,4	64	1,63
15	1	1	PP-1	0,5	8,3	5,4	57	1,45
16	1	1	PP-1	0,75	8,1	5,6	62	1,57
C4	Nada	1	PP-1	0	8	5,4	60	1,52
17	2	3	PP-2	1	8,4	6,1	54	1,37
18	1	3	PP-2	1	7	6,1	56	1,42
C5	Nada	3	PP-2	0	7,7	6,4	56	1,42
19	4	3	PP-1	1	7,1	3,9	60	1,52

ES 2 401 944 T3

Ejemplo	Aditivo de carga	Método de carga	Grado de resina	Conc. aditivo (% en peso)	Diámetro de fibra efect. (µm)	Solidez (%)	Gramaje (g/m ²)	Espesor (mm)
8	2	3	PP-1	1	6,7	4,6	59	1,50
C6	7	3	PP-1	1	8,4	5	60	1,52
C7	6	3	PP-1	1	7,4	4,6	60	1,52
C8	Nada	3	PP-1	0	8,1	4,7	59	1,50
21	4	1	PP-1	1	7,1	3,9	60	1,52
22	2	1	PP-1	1	6,7	4,6	59	1,50
C9	Nada	1	PP-1	0	8,1	4,7	59	1,50
C10	7	1	PP-1	1	8,4	5	60	1,52
C11	6	1	PP-1	1	7,4	4,6	60	1,52
23	3	1	PP-3	1	7,7	4,6	57	1,37
C12	Nada	1	PP-3	1	7,6	5,7	59	1,14
C13	6	1	PP-3	0	6,8	5	54	1,19
C14	8	1	PP-3	1	7,6	6,1	62	1,12
C15	7	1	PP-3	1	8,3	5,3	63	1,30
24	3	1	PP-1	1	8,7	4,6	57	1,40
25	4	1	PP-1	1	8,3	4,7	62	1,47
C16	5	1	PP-1	1	7,5	6	53	0,97
C17	6	1	PP-1	1	7,4	4,6	60	1,45
C18	7	1	PP-1	1	9,1	5,2	60	1,27
C19	Nada	1	PP-1	0	7,6	5,3	55	1,17
26	3	3	PP-1	1	8,7	4,6	57	1,40
27	4	3	PP-1	1	8,3	4,7	62	1,47
C20	5	3	PP-1	1	7,5	6	53	0,97
C21	6	3	PP-1	1	8	6,2	53	0,94
C22	7	3	PP-1	1	8,5	5,3	61	1,27
C23	8	3	PP-1	1	8,1	5,1	59	1,30

ES 2 401 944 T3

Ejemplo	Aditivo de carga	Método de carga	Grado de resina	Conc. aditivo (% en peso)	Diámetro de fibra efect. (µm)	Solidez (%)	Gramaje (g/m ²)	Espesor (mm)
C24	Nada	3	PP-1	0	8,7	5,5	64	1,27
28	2	3	PP-1	0,50	8,2	5,4	58	1,47
29	2	3	PP-1	1	8,7	5,9	55	1,40
30	2	3	PP-1	1,50	9,6	6	58	1,47
31	2	3	PP-1	2	9,6	6	55	1,40
C25	Nada	3	PP-1	0	8,8	6,1	57	1,45

Tabla 3

Ejemplo	% Pen inicial	Caída de presión inicial (mm de H ₂ O)	QF inicial	Condición de envejecimiento	% Pen envejecido	Caída de presión envejecida (mm de H ₂ O)	QF envejecido	Retención de la carga (%)
1	10.32	2,37	0,96	1	10.06	2,4	0,96	100%
2	6,9	2.22	1,20	1	8.84	2,09	1,16	97%
3	12.52	1.73	1,20	1	13.35	1,62	1,24	103%
4	8.55	2.07	1,19	1	8,79	2	1,22	103%
C1	50.5	2.13	0,32	1	61.22	2,07	0,24	75%
5	3.21	2,68	1,3	1	4,49	2,47	1,27	98%
6	4.11	2.18	1,47	1	4.66	2,13	1,46	99%
7	7.87	1,72	1,49	1	8.17	1,6	1.58	106%
8	5.12	1,95	1.54	1	5.96	1,88	1,52	99%
C2	22	2.22	0,7	1	32,2	1,93	0,6	86%
9	25,3	1,98	0,69	1	26	1,8	0,75	109%
10	18,1	1,85	0,92	1	23,3	1,72	0,85	92%
11	19,4	1,67	0,98	1	21,5	1,72	0,89	91%
12	25.4	1,62	0,85	1	22,2	1,68	0,90	106%
C3	31.2	1.82	0,64	1	39.1	1,95	0,48	75%
13	7.25	2,43	1,08	1	8.33	2,3	1,08	100%

ES 2 401 944 T3

Ejemplo	% Pen inicial	Caída de presión inicial (mm de H ₂ O)	QF inicial	Condición de envejecimiento	% Pen envejecido	Caída de presión envejecida (mm de H ₂ O)	QF envejecido	Retención de la carga (%)
14	4.44	2,57	1,21	1	6.17	2,4	1,16	96%
15	2.89	2,57	1,38	1	3.69	2.48	1,33	96%
16	2.79	2,43	1,47	1	3,33	2,37	1,44	98%
C4	20.32	2,35	0,68	1	24.23	2,33	0,61	90%
17	6,6	2,2	1,24	1	8,4	2	1,24	100%
18	4,6	2,4	1,28	1	5,0	2,3	1,30	102%
C5	12,6	1,9	1,09	1	23,2	2,1	0,70	64%
19	3,69	2,5	1,32	1	5,3	2,22	1,29	98%
8	2,97	2,71	1,22	1	4.31	2.61	1,23	101%
C6	1,85	2.18	1,83	1	6.06	1.96	1,43	78%
C7	14.14	2,77	0,71	1	16,7	2.47	0,73	103%
C8	15.4	2.48	0,75	1	33,8	2,1	0,52	69%
21	9,1	2,6	0.91	1	10.96	2.56	0,86	95%
22	6.93	2.85	0.94	1	7.02	2,76	0,96	102%
C9	51,97	2,25	0,29	1	64,1	2	0,22	76%
C10	1,79	2.08	1,93	1	4.75	2	1,51	78%
C11	23,4	2.65	0,55	1	26.58	2,4	0,54	98%
23	4.73	2.07	1,47	1	4.83	2.11	1,44	97%
C12	15.88	2,52	0,73	1	27.42	2,42	0,53	73%
C13	7.45	3.23	0,80	1	10,4	3.38	0,67	83%
C14	0,98	3.05	1,52	1	2,52	2,97	1,24	82%
C15	4.01	2,05	1,57	1	5.26	2.13	1,38	88%
24	8.07	1,7	1.48	1	9.08	1,67	1,44	97%
25	4,84	2,43	1,25	1	7.13	2,2	1,20	96%
C16	13.02	2,34	0,87	1	20.98	2.18	0,72	82%

ES 2 401 944 T3

Ejemplo	% Pen inicial	Caída de presión inicial (mm de H ₂ O)	QF inicial	Condición de envejecimiento	% Pen envejecido	Caída de presión envejecida (mm de H ₂ O)	QF envejecido	Retención de la carga (%)
C17	4.33	2,55	1,23	1	13.28	2,52	0,80	65%
C18	7.93	1,7	1,49	1	11.98	1,67	1,27	85%
C19	12.12	2.48	0,85	1	23,2	2,3	0,64	75%
26	9.67	1.58	1.48	1	11,1	1.48	1,49	100%
27	3.03	2,55	1,37	1	4.83	2,23	1.36	99%
C20	5.83	2,53	1,12	1	12.06	2,42	0,87	78%
C21	4.42	2,57	1,21	1	14.52	2,1	0,92	76%
C22	5.58	1,8	1,60	1	9.41	1,87	1,26	79%
C23	2,12	2,37	1,63	1	3.59	2.38	1,40	86%
C24	17.58	2,42	0,72	1	25.8	2,35	0,58	80%
28	1,6	3,4	1,22	2	3,3	3	1,14	93%
29	8,2	1,7	1,47	2	10,4	1,6	1,41	96%
30	9,2	1,7	1,40	2	10.8	1,6	1,39	99%
31	12,5	1,6	1,30	2	14,5	1,4	1,38	106%
C25	13,8	1,8	1,10	2	24,5	1,7	0,83	75%

REIVINDICACIONES

1. Un medio de filtro de electreto que comprende:

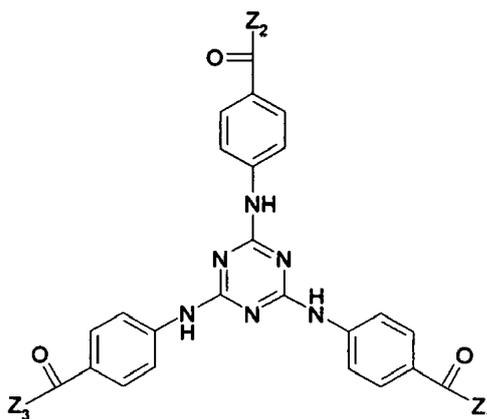
una banda de microfibra no tejida que comprende una mezcla de:

una resina termoplástica; y

5 un aditivo de carga que comprende un material de trianilino triazina sustituido con éster y/o amida.

2. El medio de filtro de electreto según la reivindicación 1, en el que el material de trianilino triazina sustituido con éster y/o amida comprende la estructura (a):

(a)



donde Z₁, Z₂ y Z₃ son cada uno independientemente -OR⁴ o -NR⁵R⁶,

10 donde R⁴ es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo;

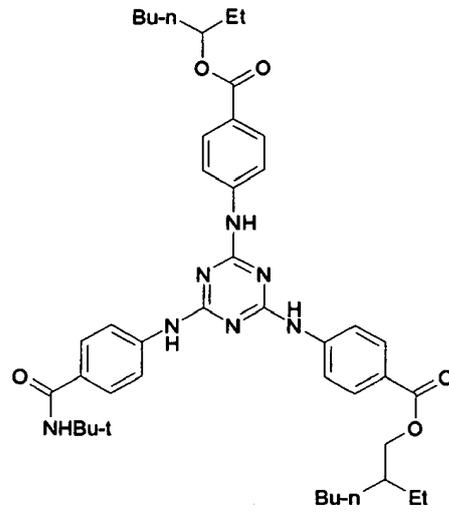
donde R⁵ es independientemente H o un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo;

15 cada R⁶ es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo.

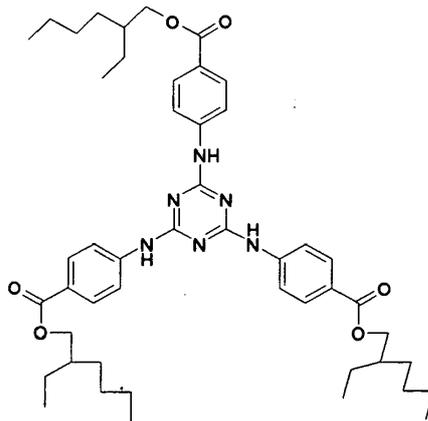
3. La banda de electreto según la reivindicación 1, en la que cada Z₁ y Z₂ es independientemente -OR⁴ donde cada R⁴ es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono y Z₃ es -OR⁴ donde R⁴ es un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono o -NR⁵R⁶ donde R⁵ es H o un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono y R⁶ es un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene entre 1 y 20 átomos de carbono.

20 4. El medio de filtro de electreto según la reivindicación 1, en el que el material de trianilino triazina sustituido con éster y/o amida comprende las estructuras (b)-(e):

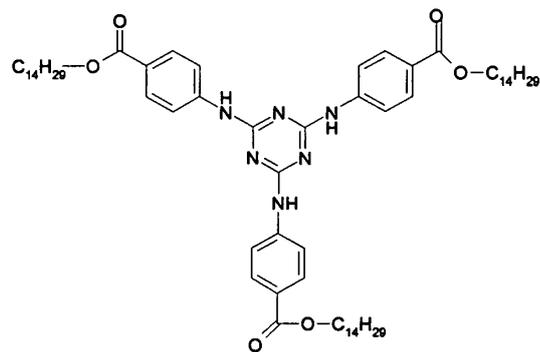
(b)



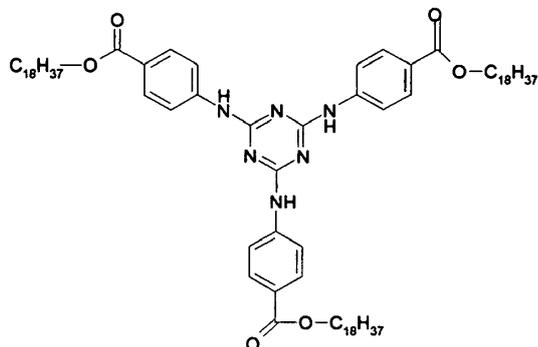
(c)



d)



(e)



o sus combinaciones.

5. El medio de filtro de electreto según la reivindicación 1, en el que las microfibras termoplásticas comprenden:

- 5 poliolefina; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonato; o poliéster; polipropileno; poli(4-metil-1-penteno); copolímeros de propileno y 4-metil-1-penteno; o sus mezclas.

6. El medio de filtro de electreto según la reivindicación 1, en el que el material de trianilino triazina sustituido con éster y/o amida comprende 0,1-5,0% en peso de la banda.

- 10 7. El medio de filtro de electreto según la reivindicación 1, en el que la banda contiene una carga, en donde la carga se imparte a través de hidrocarga, tratamiento corona DC o una combinación de ambos.

8. Un método para preparar una banda de electreto que comprende:

proveer un material termoplástico;

proveer un aditivo de carga procesable por termofusión que comprende un material de trianilino triazina sustituido con éster y/o amida;

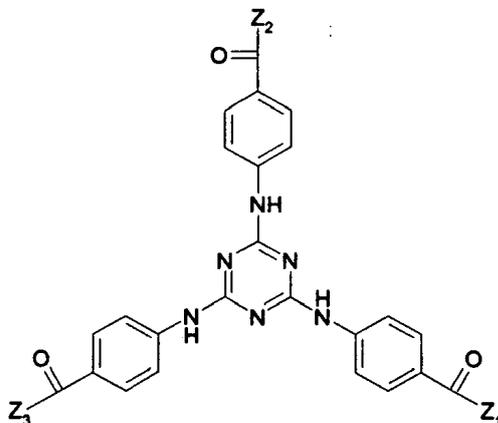
- 15 mezclar termofundiendo el material termoplástico y el aditivo de carga;

soplar por fusión el material termoplástico y el aditivo de carga mixtos para formar una banda de microfibras; y

cargar la banda de forma electrostática.

9. El método según la reivindicación 8, en el que el material de trianilino triazina sustituido con éster y/o amida se representa con la estructura (a):

(a)



20

donde Z_1 , Z_2 y Z_3 son cada uno independientemente $-OR^4$ o $-NR^5R^6$,

donde cada R^4 es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo;

cada R^5 es independientemente Ho un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo;

cada R^6 es independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo alquilo sustituido, un grupo heteroalquilo o un grupo arilo.

- 5 10. El método según la reivindicación 8, en el que el aditivo de carga procesable por termofusión comprende 0,1-5,0 % en peso de la banda de microfibra formada.